

612.36255X00

49 U.S.C. PRO
69/083180
05/22/98

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

Applicant(s): Marc FLEURY, et al

Serial No.:

Filed: May 22, 1998

Title: IMPROVED DEVICE FOR MEASURING PHYSICAL CHARACTERISTICS OF A POROUS SAMPLE

Group:

LETTER CLAIMING RIGHT OF PRIORITY

Honorable Commissioner of
Patents and Trademarks
Washington, D.C. 20231

May 22, 1998

Sir:

Under the provisions of 35 USC 119 and 37 CFR 1.55, the applicant(s) hereby claim(s) the right of priority based French Patent Application No.(s) 97/06.434 filed May 23, 1997.

A certified copy of said French Application is attached.

Respectfully submitted,

ANTONELLI, TERRY, STOUT & KRAUS, LLP


Donald E. Stout
Registration No. 26,422

DES/nac
Attachment
(703) 312-6600



BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le **22 AVR. 1998**

Pour le Directeur général de l'Institut
national de la propriété industrielle
Le Chef du Département

Martine PLANCHE

26 bis, rue de Saint Pétersbourg
75800 Paris Cedex 08
Téléphone : (1) 42.94.52.52 Télécopie : (1) 42.93.59.30

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE

 Confirmation d'un dépôt par télécopie

Cet imprimé est à remplir à l'encre noire en lettres capitales

Fleury2...

Réserve à l'INPI

DATE DE REMISE DES PIÈCES 23.05.1997
 N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL 97 06434
 DÉPARTEMENT DE DÉPÔT 99
 DATE DE DÉPÔT 23 MAI 1997

2 DEMANDE Nature du titre de propriété industrielle

- brevet d'invention demande divisionnaire
 certificat d'utilité transformation d'une demande de brevet européen demande initiale
 brevet d'invention certificat d'utilité n°

Établissement du rapport de recherche

 différé immédiat

Le demandeur, personne physique, requiert le paiement échelonné de la redevance

 oui non

date

Titre de l'invention (200 caractères maximum)

DISPOSITIF PERFECTIONNE POUR FAIRE DES MESURES DE CARACTÉRISTIQUES PHYSIQUES D'UN ECHANTILLON POREUR

3 DEMANDEUR (S) n° SIREN

code APE-NAF

Nom et prénoms (souligner le nom patronymique) ou dénomination

INSTITUT FRANCAIS DU PETROLE

Forme juridique

Organisme Professionnel

Nationalité (s) française

Adresse (s) complète (s)

1 & 4 avenue de Bois Préau, 92852 Rueil-Malmaison

Pays

France

4 INVENTEUR (S) Les inventeurs sont les demandeurs

 oui nonEn cas d'insuffisance de place, poursuivre sur papier libre

Si la réponse est non, fournir une désignation séparée

5 RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES

 requise pour la 1ère fois requise antérieurement au dépôt ; joindre copie de la décision d'admission

6 DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE

pays d'origine

numéro

date de dépôt

nature de la demande

7 DIMSIONS antérieures à la présente demande n°

date

n°

date

8 SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE

(nom et qualité du signataire - n° d'inscription) 422-5/PP.253


 Alfred ELMALEH,
 Chef du Département Brevets

SIGNATURE DU PRÉPOSÉ À LA RÉCEPTION

SIGNATURE APRES ENREGISTREMENT DE LA DEMANDE À L'INPI



**BREVET D'INVENTION, CERTIFICAT
D'UTILITE**

DÉSIGNATION DE L'INVENTEUR
(si le demandeur n'est pas l'inventeur ou l'unique inventeur)

DIVISION ADMINISTRATIVE DES BREVETS

26bis, rue de Saint-Pétersbourg
75800 Paris Cedex 08
Tél. : (1) 42 94 52 52 - Télécopie : (1) 42 93 59 30

N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL

9706484

TITRE DE L'INVENTION :

DISPOSITIF PERFECTIONNE POUR FAIRE DES MESURES DE CARACTERISTIQUES PHYSIQUES D'UN ECHANTILLON PORCEUX

LE (S) SOUSSIGNÉ (S)

Alfred ELMALEH
Chef du Département Brevets
Institut Français du Pétrole
1 & 4 avenue de Bois Préau
92852 Rueil-Malmaison cedex

DÉSIGNE (NT) EN TANT QU'INVENTEUR (S) (indiquer nom, prénoms, adresse et souligner le nom patronymique) :

FLEURY Marc
16 avenue de Circour
78170 La celle St Cloud

RINGOT Gabriel
7, rue Barbes
92400 Courbevoie

NOTA : A titre exceptionnel, le nom de l'inventeur peut être suivi de celui de la société à laquelle il appartient (société d'appartenance) lorsque celle-ci est différente de la société déposante ou titulaire.

Date et signature (s) du (des) demandeur (s) ou du mandataire Rueil-Malmaison, le 21 Mai 1997


Alfred ELMALEH,
Chef du Département Brevets

La présente invention concerne un dispositif perfectionné pour faire des mesures de caractéristiques physiques d'un échantillon plus ou moins poreux. Un tel outil convient notamment pour tester des échantillons géologiques et déterminer différents paramètres tels que la pression capillaire des roches dans des phases de drainage ou d'imbibition, leurs indices de mouillabilité, leurs perméabilités relatives, leurs indices de résistivité etc.

Le dispositif trouve des applications notamment dans le domaine pétrolier pour tester des roches qui ont été prélevés dans des formations recelant ou susceptibles de receler des effluents pétroliers.

Il est important de déterminer la mouillabilité des roches vis à vis de l'eau et de l'huile qui peuvent y être contenues. A cet effet, il faut procéder à un drainage de la roche c'est-à-dire à un déplacement des fluides visant à diminuer la saturation en eau, suivi d'une imbibition, en désignant par ce terme un déplacement des fluides permettant d'augmenter la saturation en eau (S_w) de la roche. La pression capillaire en un point se définit comme la différence P_c à l'équilibre entre la pression P_o de l'huile et celle P_w de l'eau. Ce paramètre n'a de sens que si les deux fluides sont en phase continue dans le milieu poreux. Pour un milieu mouillable à l'eau, seules les valeurs positives ont un sens. Par contre, lorsque le milieu a une mouillabilité mixte, les fluides peuvent rester en phase continue aussi bien pour les pressions capillaires (P_c) positives que négatives.

Pour une application de ce type, un cycle complet de mesure de la pression capillaire doit donc comporter (Fig.1) :

- a) un drainage primaire positif d'un échantillon saturé initialement en eau à 100% (courbe 1);
- b) une imbibition positive (courbe 2);
- c) une imbibition négative (courbe 3);
- d) un drainage négatif (courbe 4); et
- e) un drainage secondaire positif (courbe 5).

La connaissance de différents paramètres et notamment de la mouillabilité des roches, est utile notamment quand on doit procéder à une récupération assistée d'une formation, en draînant les effluents qu'elle contient par une injection d'un fluide sous pression, et déterminer par des tests préalables, le fluide (eau ou gaz) qui convient le mieux pour déplacer les effluents.

L'invention trouve aussi des applications en génie civil pour faire de l'hydrologie de terrains pour évaluer leur degré de pollution par exemple, ou encore dans le bâtiment pour tester des matériaux de construction afin notamment de décider de traitements hydrofuges par exemple.

Par le brevet FR-A-0.603.040 du demandeur, on connaît une méthode permettant de faire des mesures de caractéristiques physiques de roches saturées en les soumettant à une centrifugation à vitesse progressive, et en mesurant la quantité de fluide déplacée en fonction de la vitesse de rotation. L'échantillon saturé avec un liquide A par exemple est placé dans un récipient ou godet allongé contenant un autre fluide B de densité différente. Le godet est fixé au bout d'un bras tournant, et on lui applique une force centrifuge de façon à étudier les déplacements des fluides dans l'échantillon au cours d'au moins deux phases distinctes. Durant une première phase de drainage, on soumet alors l'ensemble à une force centrifuge dirigée suivant la longueur du récipient de manière à exercer sur lui une force d'expulsion qui tend à faire sortir une partie du premier fluide B. Dans le même temps, du fluide A pénètre à l'intérieur de l'échantillon. Les deux fluides se déplacent à l'intérieur de l'échantillon jusqu'à une position d'équilibre où la force due à la pression capillaire dans les pores, compense la force centrifuge exercée.

On sait que la pression capillaire P_C à la distance R de l'axe de rotation, lorsqu'elle est positive, s'exprime par la relation :

$$P_C(R) = \frac{1}{2} \Delta \rho \omega^2 (R_{\max}^2 - R^2) \quad P_C(R_{\max}) = 0$$

où ω est la vitesse angulaire de rotation, R_{\max} , la distance de la base du barreau de l'échantillon S à l'axe, $\Delta\rho$, la différences des masses spécifiques respectives des deux fluides.

Pour des valeurs négatives, la pression capillaire P_C à la distance R de l'axe
5 de rotation,

$$P_C(R) = \frac{1}{2} \Delta\rho \omega^2 (R_{\min}^2 - R^2) \quad P_C(R_{\min}) = 0$$

Dans la phase de ré-imbibition (courbe 2), on diminue la vitesse de façon à étudier la réintégration du fluide initial dans celui-ci. Les saturations locales, avec ce type de méthode, sont calculées par un programme d'inversion à partir de la quantité 10 totale d'eau expulsée hors de l'échantillon.

A partir de la mesure précise de la quantité du fluide initial extraite en fonction de la force centrifuge exercée, et la variation de la saturation moyenne S_m de l'échantillon en fluide, en fonction de la force centrifuge exercée, qui est obtenue par exemple par détection acoustique, on peut déduire la pression capillaire dans 15 l'échantillon.

Avec un échantillon saturé d'un fluide on voit (Fig.1) que la saturation durant la phase de drainage par centrifugation, pour un rayon r déterminé, diminue (courbe 1) au fur et à mesure de l'augmentation de la vitesse de rotation w jusqu'à une valeur minimale S_i . Durant cette phase de drainage, on augmente la vitesse de rotation par paliers successifs jusqu'à atteindre une vitesse de 3500 t/m par exemple. On mesure les variations de la saturation en fluide durant la phase de décélération. On observe un phénomène d'hystérésis et un retour suivant une autre courbe de variation (courbe 2) jusqu'à un maximum relatif S_m durant la phase de ré-imbibition du matériau poreux.

25 De préférence, on utilise un système permettant de maintenir le fluide drainé au contact du barreau d'échantillon de façon que lorsque la phase de décélération

s'amorce, il puisse réimbiber correctement le barreau. Pour assurer ce maintien, le système stabilise le niveau de l'interface entre les deux fluides à un niveau minimal où il effleure la base du barreau c'est-à-dire la plus éloignée de l'axe de rotation (R_{max}), et ceci au moins durant toute la phase de décélération.

5 Les déplacements à l'intérieur de l'échantillon sont suivis soit en mesurant la variation du temps de vol d'ultrasons au travers de l'échantillon, soit en mesurant la variation de sa résistance électrique. Le volume draîné peut être mesuré par voie optique, en utilisant un godet pourvu d'une lumière transparente et en observant la variation de niveau au moyen d'un éclairage stroboscopique.

10 Les fluides draînés hors de l'échantillon peuvent par exemple être transférés dans une chambre à volume variable, à l'intérieur du même godet ou d'un deuxième godet tournant par exemple, au moyen d'une pompe portée par un des bras, mue par un moteur électrique. Un tel système est facile à mettre en œuvre et son coût est raisonnable. Cependant, il requiert l'usage de moyens de pompage portés par le bras 15 et soumis de ce fait à la force centrifuge. C'est un inconvénient car il est difficile de trouver des moteurs électriques d'entraînement d'un type courant capables de supporter les accélérations importantes nécessaires à la mise en œuvre du procédé, quelques 3000 g typiquement. Il faut recourir à des moteurs spéciaux dont le coût est très élevé.

20 Le dispositif perfectionné selon l'invention permet de mesurer des caractéristiques physiques d'un échantillon solide poreux en réalisant des phases de drainage et d'imbibition successives, en présence d'un premier fluide conducteur de l'électricité et d'un deuxième fluide de masse spécifique plus faible que celle du premier fluide. Il inclut un équipage mobile en rotation, comprenant au moins un 25 récipient ou godet allongé pourvu d'une cavité interne pour l'échantillon, le godet étant fixé à l'extrémité d'un bras solidaire d'un axe de rotation et associé à des moyens d'équilibrage, des moyens moteurs pour entraîner le bras en rotation et créer une force centrifuge orientée suivant la direction d'allongement du godet.

Le dispositif est caractérisé en ce qu'il comporte un système hydraulique pour forcer le déplacement des fluides et des moyens de détection de la position de l'interface reliés extérieurement aux moyens de détection par un connecteur tournant, comprenant une sonde capacitive disposée dans le godet, suivant à direction d'allongement de celui-ci, pour suivre en continu les déplacements dans le godet de l'interface entre les deux fluides.

La sonde capacitive comporte par exemple une tige métallique revêtue d'une fine couche d'un matériau diélectrique, laquelle sonde est reliée à un appareil pour mesurer la variation de la capacité électrique de la sonde au contact des fluides dans le godet, résultant de la variation de son immersion dans le dit fluide conducteur.

Suivant un mode de réalisation, le dispositif comporte un système de mesure et de pilotage pour commander au moins un transfert de fluide de façon à maintenir à un niveau déterminé dans le godet, l'interface entre les deux fluides.

Le système de mesure et de pilotage est de préférence fixe et connecté au godet par des moyens de connexion incluant un connecteur électro-hydraulique tournant étanche ainsi que des canalisations hydrauliques et des moyens de liaison électrique.

Le système comporte par exemple une pompe pour le fluide de masse spécifique la plus faible, un réservoir pour recueillir une partie au moins du fluide expulsé de l'échantillon et un micro-ordinateur programmé pour l'acquisition des signaux délivrés par l'appareil et le contrôle des transferts de fluides, de manière à maintenir en opération l'interface entre les deux fluides à un niveau constant.

De préférence, le micro-ordinateur comporte également des moyens pour déterminer différents paramètres physiques de l'échantillon en tenant compte des quantités des deux fluides déplacées en opération.

Suivant un mode de réalisation, le dispositif comporte un connecteur électro-hydraulique tournant à deux voies hydrauliques étanches, une première voie étant

connectée au système hydraulique, et le réservoir est fixe et relié au godet par l'intermédiaire de la deuxième voie du dit connecteur. La mesure de son contenu permet de corroborer celle du volume transféré au moyen de la pompe.

Suivant autre mode de réalisation, le dispositif comporte un connecteur 5 électro-hydraulique tournant à une voie hydraulique étanche connectée au système hydraulique, le réservoir pour le premier fluide est monté sur l'équipage mobile en rotation et positionné de préférence à proximité de l'axe de rotation.

Suivant un autre mode de réalisation, le dispositif comporte un connecteur électro-hydraulique tournant à deux voies hydrauliques étanches faisant 10 communiquer le système hydraulique avec deux godets disposés symétriquement et entraînés en rotation par les moyens moteurs, le dit réservoir solidaire de l'équipage mobile, recevant du fluide issu des deux godets.

La sonde de mesure utilisée détecte des variations du niveau de saumure avec une bonne précision de l'ordre de 0,02 cc.

15 Le dispositif selon l'invention permet une imbibition spontanée de l'échantillon qui a été draîné durant une phase de centrifugation précédente et donc de détecter avec précision le déplacement inverse de l'interface entre les deux fluides durant la phase suivante de décroissance jusqu'à son annulation. Ses caractéristiques sont bien stables notamment vis-à-vis de la vitesse de rotation. La précision obtenue 20 par l'utilisation de la sonde dans la mesure du niveau de l'interface entre les deux liquides, se traduit par une égale précision sur la mesure de la saturation dans l'échantillon et permet la détermination de la pression capillaire dans la partie du barreau entre l'interface et la face la plus proche de l'axe de rotation. La sonde de plus occupe un volume réduit ce qui permet de réduire la taille du godet.

25 D'autres caractéristiques et avantages du dispositif selon l'invention apparaîtront mieux à la lecture de la description ci-après de modes de réalisation décrits à titre d'exemples non limitatifs, en se référant aux dessins annexés où :

- la Fig.1 montre différentes courbes représentatives des variations de la saturation d'un échantillon au cours d'un cycle de drainage imbibition;
- la Fig.2 montre schématiquement l'agencement intérieur d'un godet avec sa sonde de suivi du niveau d'interface entre les deux fluides;
- 5 – la Fig.3 montre un exemple de variation en pourcentage (IL) du signal délivré par l'ensemble de mesure en fonction de la hauteur H (et du volume IV) de saumure dans le godet;
- la Fig.4 montre schématiquement l'agencement d'un centrifugeuse de centrifugation et des moyens de pompage extérieurs à l'ensemble tournant;
- 10 – la Fig.5 montre schématiquement en coupe l'agencement d'un connecteur électro-hydraulique utilisé pour relier un godet à un ensemble de contrôle et d'acquisition extérieur;
- la Fig.6 illustre le calcul de la variation de la capacité de la sonde en fonction de la variation du niveau du liquide conducteur évacué en opération hors de l'échantillon;
- 15 – la Fig.7 montre le schéma fonctionnel de l'ensemble E extérieur de contrôle et d'acquisition de signaux de mesure; et
- la Fig.8 montre un autre mode de réalisation utilisant un connecteur électro-hydraulique tournant avec un seul circuit hydraulique.

20 **Premier mode de réalisation**

Le dispositif selon l'invention comporte (Fig.2) un récipient ou godet allongé 2 pour un échantillon 1 de roche poreuse initialement saturé en un fluide électriquement conducteur A, tel que de la saumure par exemple. Le godet 2 est rempli initialement d'un autre fluide B électriquement isolant tel que de l'huile. A ses extrémités opposées, l'échantillon 1 dans son godet 2 est (Fig.2) en appui contre deux

disques 3 percés de trous, réalisés par exemple dans une céramique poreuse. Le godet 2 comporte aussi une chambre latérale tubulaire 4 parallèle à la direction d'allongement de l'échantillon et du godet, pour la sonde 5 détectrice de niveau de type capacitif.

5 Cette sonde 5 comporte (Fig.6) une première électrode 6 constituée d'une tige métallique recouverte d'une fine couche 7 d'un matériau diélectrique tel que du Téflon® ou une céramique de verre par exemple, et une deuxième électrode métallique nue 8 dont le potentiel sert de référence.

La capacité inter-électrodes a pour expression :

$$10 \quad c = 2\pi\epsilon_0\epsilon_r \left[\ln\left(\frac{R+e}{R}\right) \right]^{-1} h \approx 2\pi\epsilon_0\epsilon_r \frac{R}{e} h, \text{ où}$$

R est le rayon de la tige 6,

e, l'épaisseur de la gaîne ou revêtement 7 entourant la tige,

ϵ_r , est la constante diélectrique relative du matériau de la gaîne,

ϵ_0 , est la constante diélectrique du vide qui vaut $8,859 \cdot 10^{-12} \text{ A.s/V.m}$

15 Toute variation dans le niveau du fluide conducteur dans le godet, se traduit par une variation de la capacité de la sonde. En utilisant une électrode avec un rayon de 3 mm et un revêtement isolant de 0.05 mm, on obtient par exemple une gamme de variation de capacité de la sonde comprise entre 10 et 1000 pF. Avant toute utilisation, on calibre la sonde en indiquant à l'ensemble de mesure associé, le niveau minimal (0%) et le niveau maximal (100%) entre lesquels peut se déplacer en opération le niveau de la saumure dans le godet. On établit ainsi la courbe de réponse de la sonde telle que celle de la Fig.3.

25 La centrifugeuse comporte une cuve 9, un moteur électrique 10 dont l'axe entraîne en rotation un moyeu 11. Deux bras 12 identiques sont montés en opposition sur le moyeu 11. Deux récipients ou godets 13, 14 sont montés pivotants aux extrémités des deux bras 12 de façon à s'aligner spontanément avec la direction de la

force centrifuge appliquée, et ils s'équilibrent l'un l'autre en rotation. Dans le godet 13 est placé l'échantillon à mesurer.

Deux canalisations 15, 16 fixées le long d'un des bras 9, relient le godet 13 à un connecteur électro-hydraulique tournant 17 porté par le moyeu 11 La première 5 canalisation 15 sert à injecter de l'huile dans le godet 13. La deuxième, 16, sert à collecter la saumure qui est draînée hors de l'échantillon par la rotation. Un câble 18 relie en outre la sonde de mesure 6-8 au connecteur tournant 17. Par l'intermédiaire du connecteur 17, les deux canalisations tournantes 15, 16 sont mises en communication (Fig.5) avec deux conduits hydrauliques 19, 20, et les conducteurs du 10 câble 18 sont connectés électriquement à un autre câble 21. Ces deux canalisations et ce câble forment un élément de liaison 22 entre le godet 13 et un ensemble extérieur E.

Cet ensemble comporte un appareil de mesure 23 d'un type connu connecté au câble 21 et délivrant un signal proportionnel à la hauteur de l'électrode gaînée 15 immergée dans le liquide conducteur et, la section de la chambre latérale étant connue, la variation de volume correspondante, une pompe 24 d'injection d'huile connectée à la canalisation 19, un réservoir 25 pour la saumure, connecté à la canalisation 20, et un micro-ordinateur de contrôle 26 pourvu d'une carte d'interface et programmé pour piloter la pompe 24 et le moteur 10 de la centrifugeuse, et pour 20 acquérir les mesures délivrées par l'appareil de mesure.

Pour obtenir une très bonne précision dans les transferts des fluides, on a sélectionné une pompe 24 et un connecteur tournant 17 avec des joints spéciaux présentant des très faibles fuites dans une large gamme de température de fonctionnement à des pressions de l'ordre de 0.5 Mpa.

25 Mise en œuvre :

Un échantillon saturé de saumure par exemple, est installé dans le godet et le circuit 18, 20 de liaison au réservoir 25 est rempli de saumure. La centrifugeuse est lancée à une vitesse minimale de 200 tr/min. De l'huile est alors pompée dans le

godet via le circuit 15, 19 jusqu'à atteindre le niveau inférieur 0% correspondant à la position de la face extérieure de l'échantillon pour laquelle la sonde 5 a été étalonnée. Le niveau de saumure draînée hors de l'échantillon s'élève peu à peu quand la vitesse de rotation de la centrifugeuse croît jusqu'à quelque 1000 tr/min par exemple. Il est mesuré par l'analyseur de niveau 23 (Fig.7) et transmis à l'ordinateur 26 qui commande l'injection d'huile sous pression de façon à rétablir le niveau initial 0%. La saumure est refoulée de ce fait par le circuit 16, 20 dans le réservoir 25 où son niveau s'élève.

Quand la vitesse de rotation diminue, (phase d'imbibition) la pompe à huile 24 est actionnée de façon à récupérer juste assez d'huile pour maintenir le niveau de la sonde à son point de référence bas 0%. Dans le même temps, la saumure du réservoir 25 retourne réimbiber l'échantillon.

Les données acquises durant le cycle de draînage-imbibition sont :

- le volume d'huile pompé dans le godet ou hors de lui, ce qui donne la saturation moyenne de l'échantillon;
- la vitesse de rotation que l'on relie à la pression capillaire;
- la position du niveau de l'interface dans le godet;

La saturation moyenne de l'échantillon peut encore être obtenue à partir du niveau dans le réservoir de saumure 25 et de la position de la pompe. On peut aussi mesurer facultativement la variation du niveau dans le réservoir de saumure 25 qui doit confirmer le volume noté de l'huile pompée dans le godet.

Le micro-ordinateur peut également être programmé pour réaliser directement les calculs des paramètres pétrophysiques déductibles des mesures effectuées au cours des cycles de draînage et d'imbibition.

Autre mode de réalisation

Suivant le mode de réalisation schématisé à la Fig.8, on utilise un connecteur électro-hydraulique tournant à une seule voie hydraulique. La pompe 24 dans l'ensemble extérieur fixe E, délivre sous pression le fluide le moins dense par l'intermédiaire des canalisations 15 et 19 reliées l'une à l'autre par le connecteur tournant 17. Ici, la canalisation 16 relie l'extrémité du godet la plus éloignée de l'axe de rotation, à un réservoir auxiliaire 27 entraîné aussi en rotation. Ce réservoir 27 est par exemple annulaire fixé au moyeu tournant 11.

Suivant une variante de réalisation, le réservoir 27 peut encore être constitué par une cavité auxiliaire du même godet 13, comme déjà décrit dans le brevet FR-A-2.603.040 précité.

Mise en œuvre :

Le fluide produit (le plus dense ou le moins dense selon les cas) est maintenu au contact de l'échantillon durant la centrifugation. Ainsi, il est possible au fluide expulsé de réintégrer l'échantillon quand la pression imposée décroît. L'interface entre les deux fluides est, selon le type d'expérimentation, maintenue en contact de l'échantillon à sa première extrémité (la plus éloignée de l'axe de rotation) ou à son extrémité opposée (la plus proche de l'axe de rotation).

Pour des valeurs négatives de la pression capillaire, l'interface entre les deux fluides est maintenue à un niveau stable, au voisinage de la première extrémité de l'échantillon, le contrôle de position étant assuré au moyen du signal de mesure délivré par l'analyseur de niveau 23, et la vitesse de rotation est augmentée par paliers pour le drainage et ensuite diminuée par paliers pour une imbibition spontanée.

Pour des valeurs positives de la pression capillaire au contraire, l'interface entre les deux fluides est maintenue proche de la deuxième extrémité de l'échantillon

(la plus proche de l'axe de rotation) et la vitesse de rotation est accélérée par paliers pour une imbibition forcée.

Comme précédemment, l'échantillon S est saturée avec de la saumure par exemple. La centrifugeuse est maintenue à une vitesse de rotation minimale (200 tr/min par exemple). De l'huile est alors injectée dans le godet au moyen de la pompe 24, jusqu'à atteindre le niveau de référence au voisinage de la première extrémité, ce que l'on peut contrôler par les indications de la sonde capacitive 5. Au fur et à mesure que la vitesse s'accroît, de la saumure est expulsée de l'échantillon. Pour maintenir la stabilité de l'interface, on injecte de l'huile sous pression par la canalisation 15. La saumure en excès, se répand vers la canalisation 16 et le réservoir.

Pour des vitesses de rotation décroissantes, la pompe au contraire, sous le contrôle de la sonde capacitive, aspire de l'huile pour maintenir le niveau de référence choisi pour l'interface, et la saumure accumulée dans le réservoir R 15 réintègre le godet 13.

Une fois revenu à la vitesse minimale de rotation, on positionne le niveau d'interface au voisinage de la deuxième extrémité de l'échantillon (la plus proche de l'axe), et l'on peut enchaîner avec une phase d'imbibition forcée, en veillant comme précédemment au maintien de ce niveau de référence, sans qu'il soit besoin de sortir 20 l'échantillon de son godet.

Les données acquises durant les différentes phases sont le volume de fluide pompé dans ou hors du godet qui fournit la saturation moyenne de l'échantillon, la vitesse de rotation de la centrifugeuse qui fournit la pression capillaire et la position du niveau de consigne pour l'interface.

Dans le cas où le dispositif comporte un connecteur électro-hydraulique à deux voies hydrauliques comme illustré à la Fig.5, on peut réaliser simultanément 25 des essais sur des échantillons placés dans les deux godets symétriques 13, 14, la

saumure draînée simultanément des deux godets étant recueillie dans le même réservoir 27.

Résultats et tests

La stabilité du signal délivré par l'appareil 23 a été vérifiée pour un même niveau de saumure dans le godet, vis-à-vis de trois causes d'instabilité: variation de la température, bruit rapporté généré par les contacts tournants; autres effets dus à la rotation. Les résultats des tests montrent que les erreurs de mesure pour la sonde, sont limités à moins de 1% de la pleine échelle, qui se traduit par une mesure à moins de 1mm près de la hauteur de saumure dans le godet.

On a décrit un mode de réalisation (Fig.8) où l'on utilise un connecteur électro-hydraulique tournant à une voie hydraulique où la partie tournante (rotor) est au centre d'une couronne fixe. On ne sortirait pas du cadre de l'invention toutefois en utilisant un connecteur d'un type connu où c'est la couronne extérieure qui est solidaire du moyeu 11 et mobile, et c'est la pièce centrale qui est fixe.

REVENDICATIONS

- 1) Dispositif perfectionné pour mesurer des caractéristiques physiques réaliser d'un échantillon solide poreux en réalisant des phases de draînage et d'imbibition successives, en présence d'un premier fluide conducteur de l'électricité et d'un deuxième fluide de masse spécifique plus faible que celle du premier fluide, pourvu d'un équipage mobile en rotation comportant au moins un godet allongé (13) pourvu d'une cavité interne pour l'échantillon, le godet étant fixé à l'extrémité d'un bras (9) solidaire d'un axe de rotation (10) et associé à des moyens d'équilibrage (12, 14), des moyens moteurs (10) pour entraîner le bras en rotation et créer une force centrifuge orientée suivant la direction d'allongement du godet, caractérisé en ce qu'il comporte un système (17, 24) pour forcer le déplacement au moins du fluide ayant la masse spécifique la plus faible, et des moyens de détection de la position de l'interface reliés extérieurement aux moyens de détection par un connecteur tournant, comprenant une sonde capacitive (5) disposée dans le godet, suivant la direction d'allongement de celui-ci, pour suivre en continu les déplacements dans le godet de l'interface entre les deux fluides.
- 2) Dispositif selon la revendication 1, caractérisé en ce que la sonde capacitive (5) comporte par exemple une tige métallique (6) revêtue d'une fine couche (7) d'un matériau diélectrique, laquelle sonde est reliée à un appareil (23) pour mesurer la variation de la capacité électrique de la sonde au contact des fluides dans le godet (13), résultant de la variation de son immersion dans le dit fluide conducteur.
- 3) Dispositif selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'il comporte un système (E) de mesure et de pilotage pour commander au moins un transfert de fluide de façon à maintenir à un niveau déterminé dans le godet (13), l'interface entre les deux fluides.

- 4) Dispositif selon la revendication précédente, caractérisé en ce que le système (E) de mesure et de pilotage est fixe et connecté au godet par des moyens de connexion incluant un connecteur électro-hydraulique tournant étanche (17) ainsi que des canalisations hydrauliques (15, 16, 19, 20) et des moyens de liaison électrique (18), le système (E) comportant une pompe (24) pour le fluide de masse spécifique la plus faible, un réservoir pour recueillir une partie au moins du fluide expulsé de l'échantillon et un micro-ordinateur (26) programmé pour l'acquisition des signaux délivrés par l'appareil (23) et le contrôle des transferts de fluides, de manière à maintenir en opération l'interface entre les deux fluides à un niveau constant.
- 5 10 5) Dispositif selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'il comporte un connecteur électro-hydraulique tournant (17) à deux voies hydrauliques étanches, une première voie étant connectée au système hydraulique, le réservoir (25) étant fixe et relié au godet par l'intermédiaire de la deuxième voie du dit connecteur (17).
- 15 6) Dispositif selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce qu'il comporte un connecteur électro-hydraulique tournant pourvu d'au moins une voie hydraulique étanche reliée au système hydraulique, le dit réservoir (27) étant solidaire de l'équipage mobile.
- 20 7) Dispositif selon la revendication 6, caractérisé en ce qu'il comporte un connecteur électro-hydraulique tournant (17) à deux voies hydrauliques étanches faisant communiquer le système hydraulique avec deux godets (13, 14) disposés symétriquement et entraînés en rotation par les moyens moteurs (10), le dit réservoir (27) solidaire de l'équipage mobile recevant du fluide issu des deux godets (13, 14).
- 25 8) Dispositif selon l'une des revendications 3 à 7, caractérisé en ce que système de mesure et de pilotage (E) comporte des moyens pour déterminer différents paramètres physiques de l'échantillon en tenant compte des quantités des deux fluides déplacées en opération.

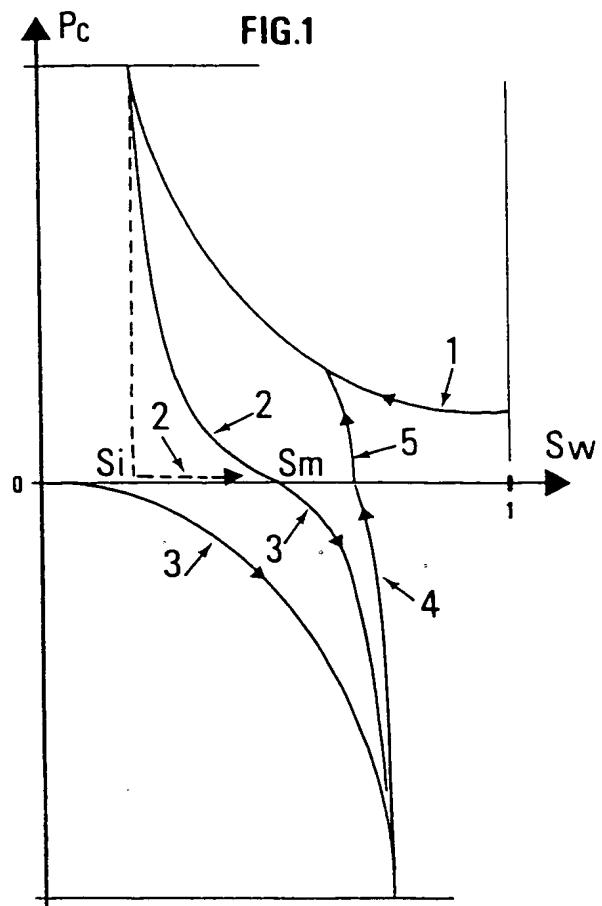
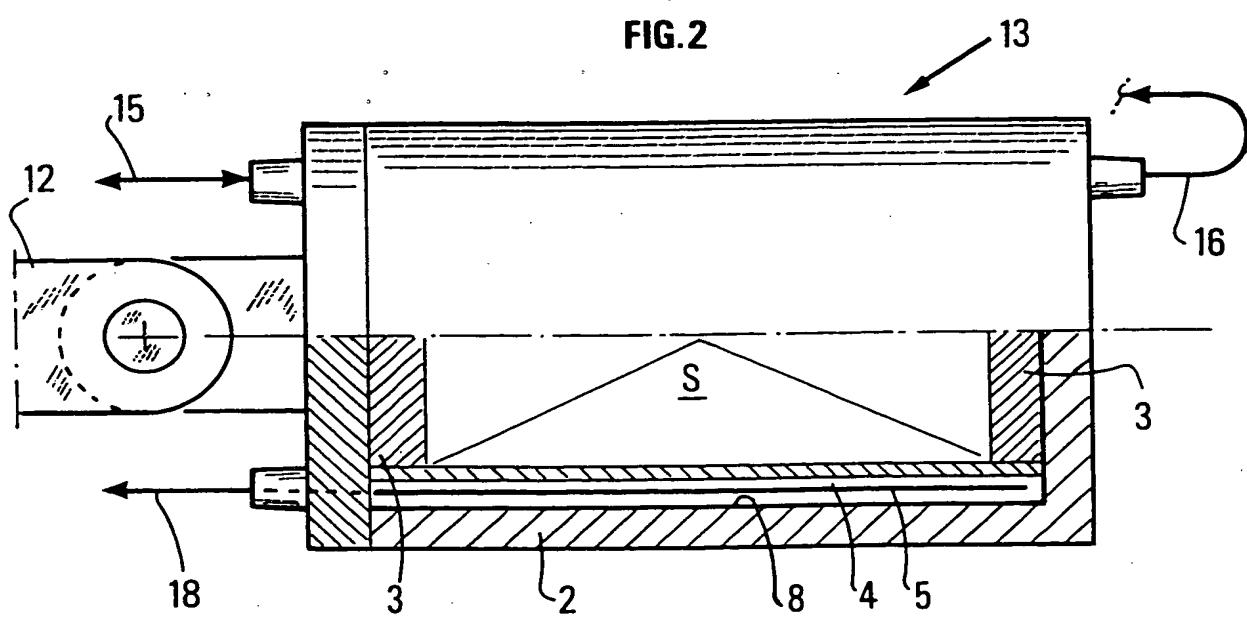
**FIG.2**

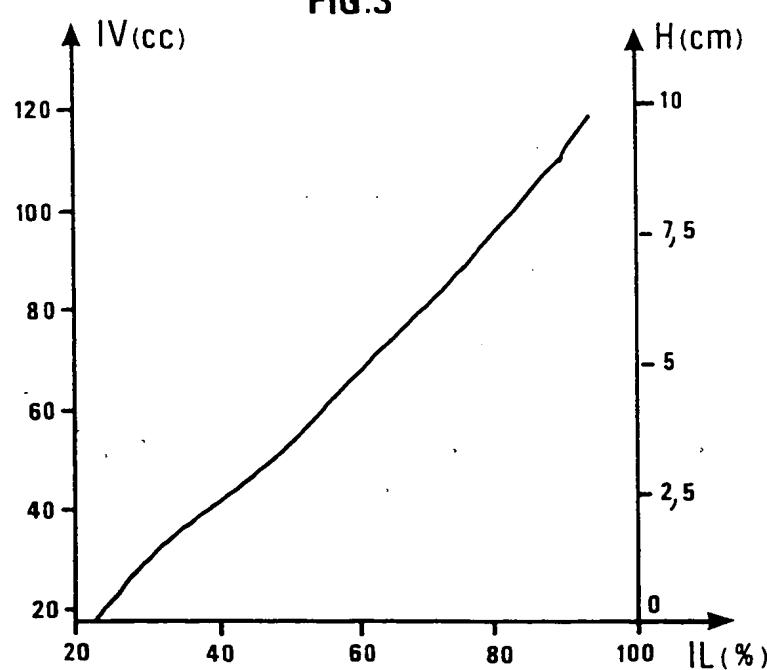
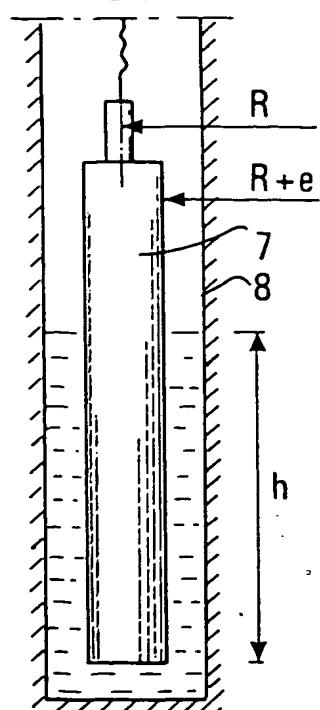
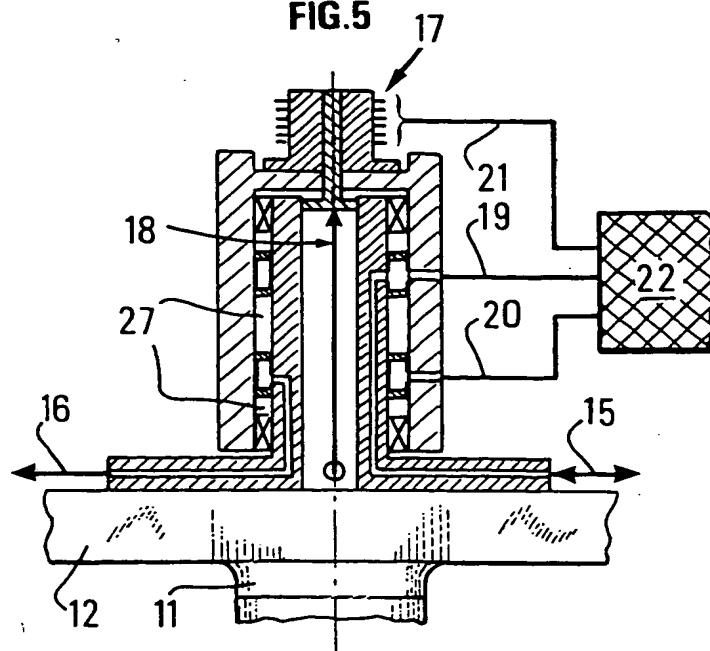
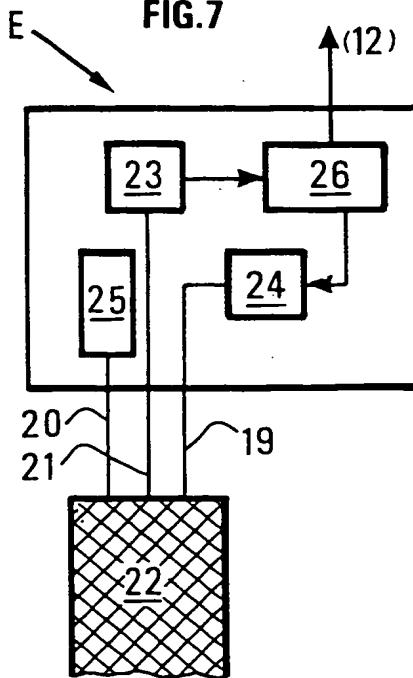
FIG.3**FIG.6****FIG.5****FIG.7**

FIG.4

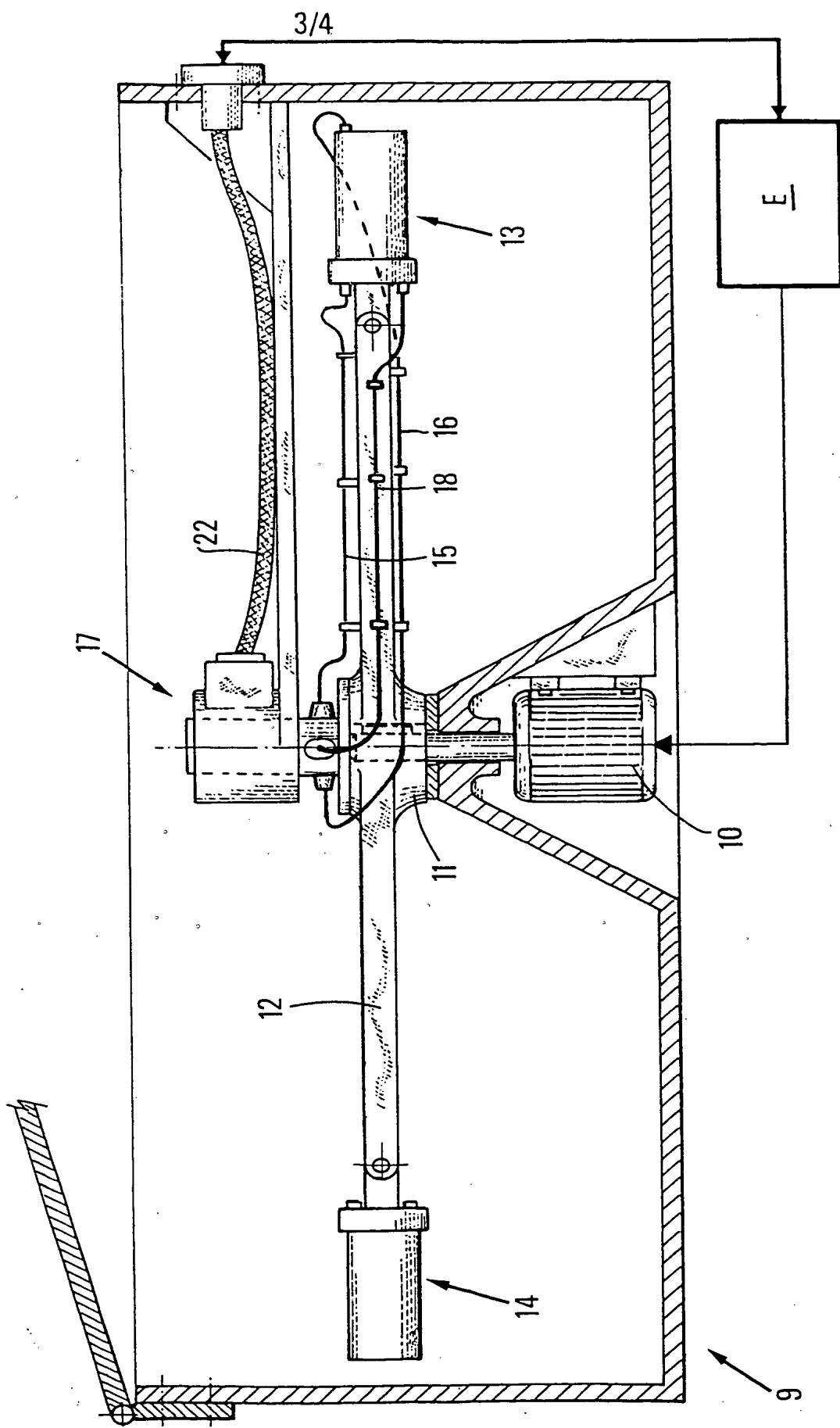


FIG.8

